

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-303013
(P2001-303013A)

(43) 公開日 平成13年10月31日 (2001.10.31)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーム (参考)

C 0 9 J 171/00

C 0 9 J 171/00

4 J 0 4 0

163/00

163/00

183/04

183/04

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2000-116326 (P2000-116326)

(22) 出願日 平成12年4月18日 (2000.4.18)

(71) 出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市大字小串1978番地の96

(72) 発明者 三輪 孔之

山口県宇部市大字小串1978番地の5 宇部
興産株式会社宇部研究所内

(72) 発明者 国村 勝

山口県宇部市大字小串1978番地の5 宇部
興産株式会社宇部研究所内

Fターム (参考) 4J040 EC261 EC262 EE031 EE032

EK031 EK032 HB06 HD18

HD32 HD33 HD35 HD36 HD43

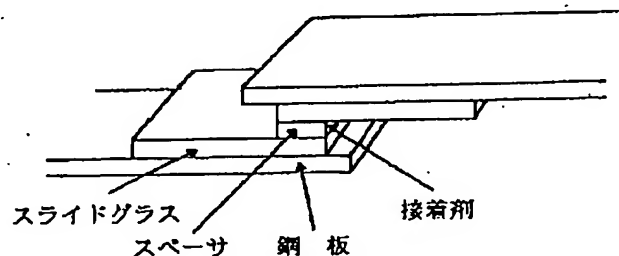
JB08 KA13 KA16 LA06 MA05

(54) 【発明の名称】 紫外線硬化型接着剤組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 本発明は、特にガラスなどの無機質材料を被着材として用いる場合、接着強度 (剪断強度) や硬化速度が優れていて、硬度も高い硬化物を与えることができる紫外線硬化型接着剤組成物を提供することを課題とする。

【解決手段】 本発明の課題は、オキセタン化合物 (オキセタン環を含有する化合物)、カップリング剤、及び光重合開始剤、更に好ましくは、脂環式エポキシ化合物、変性シリコンオイルを含んで成る紫外線硬化型接着剤組成物により解決される。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 オキセタン化合物、カップリング剤、及び光重合開始剤を含んで成る紫外線硬化型接着剤組成物。

【請求項2】 オキセタン化合物100重量部に対して、カップリング剤を0.1～10重量部、光重合開始剤を0.1～10重量部含む、請求項1記載の紫外線硬化型接着剤組成物。

【請求項3】 脂環式エポキシ化合物を更に含む、請求項1記載の紫外線硬化型接着剤組成物。

【請求項4】 変性シリコンオイルを更に含む、請求項1又は2記載の紫外線硬化型接着剤組成物。

【請求項5】 オキセタン化合物がエーテル型ビスオキセタン化合物である、請求項1～4のいずれかに記載の紫外線硬化型接着剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、紫外線硬化型接着剤組成物に関する。更に詳しくは、オキセタン化合物（オキセタン環を含有する化合物）を含んで成る紫外線硬化型接着剤組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】紫外線硬化型接着剤組成物、特にオキセタン化合物（オキセタン環を含有する化合物）を含んで成る紫外線硬化型接着剤組成物としては、例えば、1～4個のオキセタン環を有する化合物及び光カチオン重合開始剤からなるラミネート用活性エネルギー線硬化型接着剤組成物（特開平8-231938号公報）などが知られている。しかしながら、この組成物は、特にガラスなどの無機質材料を被着材として用いる場合に接着強度（剪断強度）や硬化速度の点で満足できるものではない。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、特にガラスなどの無機質材料を被着材として用いる場合、接着強度（剪断強度）や硬化速度が優れていて、硬度も高い硬化物を与えることができる紫外線硬化型接着剤組成物を提供することを課題とする。

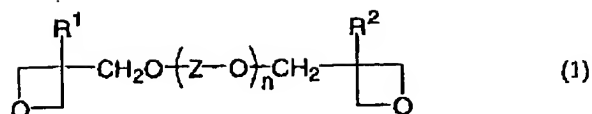
【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の課題は、オキセタン化合物、カップリング剤、及び光重合開始剤を含んで成る紫外線硬化型接着剤組成物により解決される。

【0005】〔オキセタン化合物〕本発明で用いられるオキセタン化合物（オキセタン環を含有する化合物）としては、式（1）で表される、分子中に2個のオキセタン環を有するエーテル型ビスオキセタン化合物が好適に挙げられる。

【0006】

【化1】



（式中、R¹、R²は水素原子又は炭素数1～6のアルキル基を表し、nは0～30の整数を表す。Zは、n=1の場合はアルキレン基（炭素鎖内部に、不飽和結合、脂肪族炭化水素環、又は芳香環を形成していてもよい）を表し、n=2～30の整数の場合はエチレン基を表す。）

【0007】式（1）で表される化合物において、R¹、R²は水素原子又は炭素数1～6のアルキル基を表し、互いに同一であっても異なってもよい。該化合物の中では、R¹、R²が互いに同一であるものが好ましいが、中でも、R¹、R²が互いに同一で、水素原子、メチル基、エチル基のいずれかであるものが好ましく、その中でも、R¹、R²が互いに同一で、メチル基、エチル基のいずれかであるものが更に好ましい。

【0008】式（1）で表される化合物としては、次のものが具体的に挙げられる。

①n=0である、モノエーテルビスオキセタン類

②n=1で、Zがアルキレン基（炭素鎖内部に、不飽和結合、脂肪族炭化水素環、又は芳香環を含んでいてもよい）である、ジエーテルビスオキセタン類

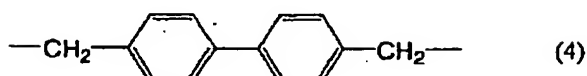
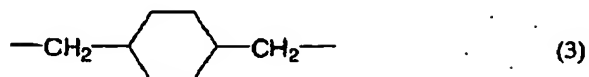
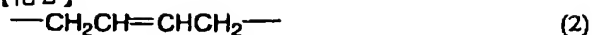
③n=2～30の整数で、Zがエチレン基である、ポリエーテルビスオキセタン類

【0009】前記の①モノエーテルビスオキセタン類としては、例えば、ビス（3-エチル-3-オキセタニル）メチルエーテル、ビス（3-メチル-3-オキセタニル）メチルエーテルなどが挙げられる。なお、モノエーテルビスオキセタン類は、例えば、3-アルキル-3-ヒドロキシメチルオキセタンと3-アルキル-3-ヒドロキシメチルオキセタンのp-トルエンスルホンクロライドとを反応させることにより合成される。

【0010】前記の②ジエーテルビスオキセタン類において、アルキレン基（Z）は、炭素鎖内部に、不飽和結合、脂肪族炭化水素環、又は芳香環を形成しているものであってもよい。即ち、このアルキレン基としては、エチレン基、テトラメチレン基、ヘキサメチレン基等の炭素数2～12のアルキレン基が挙げられるが、更に、式（2）で表される基などの炭素鎖内部に不飽和結合（炭素-炭素二重結合等）を形成している炭素数4～6のアルキレン基や、式（3）で表される基などの炭素鎖内部に脂肪族炭化水素環（シクロヘキサン環等）を形成している炭素数2～6（環の炭素原子を除く）のアルキレン基や、キシリレン基及び式（4）で表される基などの炭素鎖内部に芳香環（ベンゼン環等）を形成している炭素数2～6（環の炭素原子を除く）のアルキレン基（o-、m-、p-等の各異性体を含む）なども挙げることができる。

【0011】

【化2】



【0012】ジエーテルビスオキセタン類としては、例えば、1, 2-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)エタン、1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)ブタン、1, 6-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)ヘキサンや、1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)-2-ブテンや、1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチルシクロヘキサンや、1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチルベンゼン、4, 4'-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチルビフェニル、4, 4'-ビス(3-メチル-3-オキセタニルメトキシ)メチルビフェニルなどが挙げられる。

【0013】なお、ジエーテルビスオキセタン類は、例えば、相当するジプロマイド(キシリレンジプロマイド、エチレンジプロマイド等)と3-アルキル-3-ヒドロキシメチルオキセタンを反応させることによって合成される。

【0014】前記の③ポリエーテルビスオキセタン類としては、例えば、ジエチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、トリエチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、テトラエチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテルなどが挙げられる。なお、ポリエーテルビスオキセタン類は、例えば、相当するポリエチレングリコール(ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール等)と3-アルキル-3-ヒドロキシメチルオキセタンのp-トルエンスルホンクロライドとを反応させることにより合成される。

【0015】前記エーテル型ビスオキセタン化合物の中では、ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メチルエーテル、1, 2-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)エタン、1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチルベンゼン、4, 4'-ビス(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチルビフェニルなどが特に好ましい。

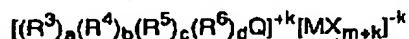
【0016】〔カップリング剤〕本発明で用いられるカップリング剤としては、前記オキセタン化合物と被着材

(特に、ガラスなどの無機質材料)の表面とを化学結合させることができるものであれば、どのようなものでも用いることができるが、中でも、前記オキセタン化合物と無機質材料を化学結合させることができるシランカップリング剤が好適に挙げられる。このようなシランカップリング剤としては、無機質材料と化学結合する反応基(アルコキシシリル基、シラノール等)と前記オキセタン化合物と化学結合するか若しくは親和性を有する反応基(ビニル基、エポキシ基、アミノ基、メタクリル基等)とをそれぞれ少なくとも1個有する有機ケイ素化合物が好ましく、例えば、KBM-303、KBM-403(以上、信越化学製)、AL-M、KR-TTS(以上、味の素製)等が具体的に挙げられる。

【0017】〔光重合開始剤〕本発明で用いられる光重合開始剤としては、紫外線照射によりカチオンを発生してオキセタン環の開環及びカチオン重合を開始させることができる化合物が好適に挙げられる。このような化合物としては、次式で表されるようなルイス酸を放出できるオニウム塩が好適である。

【0018】

【化3】



(式中、Qは、S、Se、Te、P、As、Sb、Bi、Fe、O、I、Br、Cl、又はN≡Nを表し、R³、R⁴、R⁵、R⁶は同一又は異なる有機基を表す。Mは上記式のアニオン部の中心原子を構成する金属又はメタロイドであり、例えば、B、P、As、Sb、Fe、Sn、Bi、Al、Ca、In、Tl、Zn、Sc、V、Cr、Mn、又はCoを表す。Xはハロゲン原子を表す。a、b、c、dは0~3の整数を表し、a+b+c+dはMの価数に等しく、mはMの原子価に等しい。なお、有機基としては、アリール基等が挙げられ、ハロゲン原子としては、F、Cl、Br等が挙げられる。)

【0019】前記式におけるカチオン(オニウムイオン)としては、例えば、ジフェニルヨードニウムイオン、ビス(4-メトキシフェニル)ヨードニウムイオン、ビス(4-メチルフェニル)ヨードニウムイオン、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムイオン、ビス(ドデシルフェニル)ヨードニウムイオン等のヨードニウムイオンや、トリフェニルスルホニウムイオン、ジフェニル-4-チオフェノキシフェニルスルホニウムイオン、ビス[4-(ジフェニルスルホニオ)フェニル]スルフィドイオン、ビス[4-(ジ(4-(2-ヒドロキシエチル)フェニル)スルホニオ)フェニル]スルフィドイオン等のスルホニウムイオンや、η⁵-2, 4-(シクロペンタジエニル)[(1, 2, 3, 4, 5, 6-η)-(メチルエチル)ベンゼン]-鉄(1+)イオンなどが挙げられる。

【0020】前記式におけるアニオン[MX_{m+k}]^{-k}と

しては、例えば、テトラフルオロボレートイオン (BF_4^-)、ヘキサフルオロホスフェートイオン (PF_6^-)、ヘキサフルオロアンチモネートイオン (SbF_6^-)、ヘキサフルオロアルセネートイオン (AsF_6^-)、ヘキサクロロアンチモネートイオン (SbCl_6^-) 等が挙げられる。

【0021】更に、過塩素酸イオン (ClO_4^-)、トリフルオロメタンスルホン酸イオン (CF_3SO_3^-)、フルオロスルホン酸イオン (FSO_3^-)、トルエンスルホン酸イオン ($\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_3^-$)、トリニトロベンゼンスルホン酸イオン、トリニトロトルエンスルホン酸イオンなども挙げられる。

【0022】更に、本発明の光重合開始剤として、芳香族オニウム塩も使用することができる。例えば、芳香族ハロニウム塩 (特開昭50-151996号公報、特開昭50-158680号公報など参照)、VIA族芳香族オニウム塩 (特開昭50-151997号公報、特開昭52-30899号公報、特開昭56-55420号公報、特開昭55-125105号公報など参照)、VA族芳香族オニウム塩 (特開昭50-158698号公報など参照)、オキソスルホキソニウム塩 (特開昭56-149402号公報、特開昭57-192429号公報など参照)、芳香族ジアゾニウム塩 (特開昭49-17040号公報など参照)、チオピリリウム塩 (米国特許第4139655号明細書) などが挙げられる。また、鉄/アレン錯体、アルミニウム錯体/光分解ケイ素化合物系開始剤なども本発明の光重合開始剤として挙げることができる。

【0023】光重合開始剤の市販品としては、例えば、サイラキュアUVI-6974 (ビス[4-(ジフェニルスルホニオ)フェニル]スルフィドビスヘキサフルオロアンチモネートとジフェニル-4-チオフェノキシフェニルスルホニウムヘキサフルオロアンチモネートの混合物)、サイラキュアUVI-6990 (UVI-6974のヘキサフルオロホスフェート) (以上、ユニオンカーバイド製) や、アデカオプトマーSP-151、アデカオプトマーSP-170 (ビス[4-(ジ(4-(2-ヒドロキシエチル)フェニル)スルホニオ)フェニル]スルフィド)、アデカオプトマーSP-150 (SP-170のヘキサフルオロホスフェート)、アデカオプトマーSP-171 (以上、旭電化製) や、

【0024】DTS-102、DTS-103、NAT-103、NDS-103 (4-ヒドロキシナフチル)-ジメチルスルホニウムヘキサフルオロアンチモネート)、TPS-102 (トリフェニルスルホニウムヘキサフルオロホスフェート)、TPS-103 (トリフェニルホスホニウムヘキサフルオロアンチモネート)、MDS-103 (4-メトキシフェニル-ジフェニルスルホニウムヘキサフルオロアンチモネート)、MPI-103 (4-メトキシフェニルヨードニウムヘキサフル

オロアンチモネート)、BBI-101 (ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムテトラフルオロボレート)、BBI-102 (ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロホスフェート)、BBI-103 (ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロアンチモネート) (以上、みどり化学製) や、

【0025】Irgacure 261 ($\eta^5-2, 4$ -シクロペンタジエン-1-イル) [(1, 2, 3, 4, 5, 6- η)-(1-メチルエチル)ベンゼン]-鉄(1+)ヘキサフルオロホスフェート(1-) (チバガイギー製) や、CD-1010、CD-1011、CD-1012 (4-(2-ヒドロキシテトラデカニルオキシ)ジフェニルヨードニウムヘキサフルオロアンチモネート) (以上、サートマー製) や、SI-60L、SI-100L、SI-180L (以上、三新化学製) や、

【0026】CI-2481、CI-2624、CI-2639、CI-2064 (以上、日本曹達製) や、Degacure K126 (ビス[4-(ジフェニルスルホニオ)フェニル]スルフィドビスヘキサフルオロホスフェート) (デグッサ製) や、RHODORSIL PHOTOINITIATOR 2074 (トリクミル)ヨードニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート) (Rhodia製) などの商品名で入手できるものが挙げられる。

【0027】このうち、UVI-6974、UVI-6990、アデカオプトマーSP-170、アデカオプトマーSP-171、CD-1013、MPI-103が好ましく使用できるが、UVI-6990が特に好ましい。

【0028】〔紫外線硬化型接着剤組成物〕本発明の紫外線硬化型接着剤組成物は、前記のオキセタン化合物、カップリング剤、及び光重合開始剤を含んで成る。この組成物において、カップリング剤は、オキセタン化合物100重量部に対して0.1~10重量部、更には2~10重量部含まれていることが好ましく、光重合開始剤は、オキセタン化合物100重量部に対して0.1~10重量部、更には0.5~6重量部含まれていることが好ましい。

【0029】即ち、本発明の紫外線硬化型接着剤組成物としては、オキセタン化合物100重量部に対して、カップリング剤を0.1~10重量部、光重合開始剤を0.1~10重量部含むもの(A)が好ましく、中でも、オキセタン化合物100重量部に対して、カップリング剤を2~10重量部、光重合開始剤を0.5~6重量部含むもの(B)が更に好ましい。

【0030】更に、本発明の紫外線硬化型接着剤組成物は、前記カップリング剤に加えて、脂環式エポキシ化合物を単独又は複数で含んでいることが好ましい。その含

有割合は特に制限されるものではないが、オキセタン化合物100重量部に対して1~200重量部、更には5~100重量部程度であることが好ましい。

【0031】脂環式エポキシ化合物としては、例えば、UVR-6110、UVR-6128（以上、UCC製）、セロキサイド2021、セロキサイド2081、セロキサイド3000（以上、ダイセル製）等の市販品を用いることができる。

【0032】また、本発明の紫外線硬化型接着剤組成物は、変性シリコンオイルを単独又は複数で更に含んでいることが好ましい。その含有割合は、オキセタン化合物100重量部に対して0.1~10重量部であることが好ましい。

【0033】変性シリコンオイルとしては、反応性シリコンオイル（アミノ変性、エポキシ変性、カルボキシル変性、カルピノール変性、メタクリル変性、フェノール変性、片末端変性、異種官能基変性のものなど）や、非反応性シリコンオイル（ポリエーテル変性、メチルステリル変性、アルキル変性、高級脂肪酸変性、親水性特殊変性、高級アルコキシ変性、高級脂肪酸含有、フッ素変性のものなど）を用いることができる。具体的には、反応性シリコンオイルとして、KF-105（信越化学製）など、非反応性シリコンオイルとして、KF-303、FL-100（以上、信越化学製）などが好ましく用いられる。

【0034】即ち、本発明の紫外線硬化型接着剤組成物としては、前記（A）又は（B）の組成を有するものであって、オキセタン化合物100重量部に対して、脂環式エポキシ化合物を1~200重量部更に含むものが好ましい。そして、更には、前記（A）又は（B）の組成を有するものであって、オキセタン化合物100重量部に対して、脂環式エポキシ化合物を1~200重量部、変性シリコンオイルを0.1~10重量部含むものが特に好ましい。なお、本発明の紫外線硬化型接着剤組成物は、例えば、空气中、室温下で各成分を配合して調製されるが、その条件は紫外線非照射下であれば特に制限されない。

【0035】本発明の紫外線硬化型接着剤組成物の使用方法は特に制限されず、例えば、第1の被着材に該組成物を塗布し、次いで第2の被着材を貼り合わせるか、或いは、第1と第2の被着材を積層してその間に該組成物を浸透させるかした後、紫外線照射して硬化させることにより接着剤として用いることができる。

【0036】前記被着材としては、無機質材料（特にガラス）が好ましい。即ち、本発明の紫外線硬化型接着剤組成物は無機質材料用（特にガラス用）として有用である。被着材は、ガラス、セメントモルタル、コンクリート、セラミック（フィルム、プレート、成形部品、その他の造形品を含む）、鉄、ステンレス鋼、アルミニウム、その他の金属、合金などから選ぶことができるが、

その少なくとも1つは紫外線を透過させることができるものである必要がある。紫外線を透過できる被着材としてはガラスが好ましいが、その種類や厚さは紫外線の透過に支障がなければ特に制限されない。

【0037】紫外線照射は、約200~400nmの波長で、照射量が約10~3000mJ/cm²、更には約50~1000mJ/cm²になる範囲で行われることが好ましい。例えば、120W/cmの紫外線ランプを用い、11cmの照射距離及び0.7~3.5m/minの送り速度で照射すればよい。このときの温度は前記組成物の硬化に支障がなければ特に制限されず、通常は室温でよい。

【0038】紫外線の光源としては、水銀アークランプ、キセノンアークランプ、蛍光ランプ、炭素アークランプ、タングステナーハロゲン複写ランプ、ナトリウムランプ、アルカリ金属ランプ等が挙げられる。これらの光源は約185~400nm、更には約240~400nmの波長の光を透過させる管球を有しているものが好ましいが、石英製又はバイレックス（登録商標）製の管球を有しているものでもよい。

【0039】

【実施例】次に、実施例及び比較例を挙げて本発明を具体的に説明する。但し、紫外線硬化型接着剤組成物の評価は以下に行った。

【0040】（1）剪断強度

図1に示すように、ガラス（スライドガラス；厚さ約1mm×幅25mm）を被着材として用いて行った。即ち、スライドガラスの両端にテフロン（登録商標）粘着テープ（厚さ150μm×幅約1mm）をスペーサーとして貼り、そのスライドガラスの先端から約5mmを重ね合せてクリップで固定した後、スライドガラスの間に紫外線硬化型接着剤組成物を浸透させ、前記紫外線照射装置により紫外線を照射して硬化させた（接着面積5×25mm²）。次いで、このガラス試験片にエポキシ樹脂を用いて鋼板を貼り合せて補強した後、鋼板部分をチャックで挟み、テンシロン引張り試験機を用いて引張り強度5mm/minで180度剪断強度を測定した。

【0041】紫外線照射は、ウシオ電機製ユニキュアシステムUVC-1212型紫外線照射装置（出力：1.5kw、UVランプ出力：120W/cm、コールドフィルター付）を用いて、照射距離11cm、コンベヤー速度2.5m/minで行った。なお、剪断強度の測定では、表、裏、表の順で3回照射した。

【0042】（2）硬化速度

スライドガラスに紫外線硬化型接着剤組成物を塗布して紫外線を照射し、硬化物にタックが出なくなるまでの照射回数を測定した。

【0043】（3）鉛筆硬度

スライドガラスに紫外線硬化型接着剤組成物を塗布して紫外線を照射し、硬化物（塗膜）の硬度をJISK54

00に基く鉛筆硬度試験により評価した。

【0044】実施例1～3

オキセタン化合物、カップリング剤、変性シリコンオイル、及び光重合開始剤を配合して表1記載の組成を有する液状の紫外線硬化型接着剤組成物を調製した。次いで、前記方法により各組成物の剪断強度を測定した。なお、表中、組成物各成分の数値はg単位である（以下、同様）。その結果、本発明の組成物はいずれも高い剪断強度を有していた（表1）。

【0045】比較例1，2

組成を表1記載のように変えたほかは、実施例1～3と同様に液状の紫外線硬化型接着剤組成物を調製して、各組成物の剪断強度を測定した。その結果、カップリング剤やオキセタン化合物を含まないものは剪断強度が低く、ガラスが簡単に剥離した（表1）。

【0046】

【表1】

| | オキセタン化合物 | カップリング剤 | 変性シリコンオイル | | 光重合開始剤 | 剪断強度 (kg/cm ²) |
|------|----------|---------|-----------|--------|----------|-------------------------------|
| | DOE | KBM-403 | KF-105 | FL-100 | UVI-6990 | |
| 実施例1 | 2 | 0.1 | 0 | 0 | 0.08 | 61 |
| 実施例2 | 2 | 0.1 | 0.02 | 0 | 0.08 | 62 |
| 実施例3 | 2 | 0.1 | 0 | 0.02 | 0.08 | 59 |
| 比較例1 | 2 | 0 | 0 | 0 | 0.08 | 簡単に剥離 |
| 比較例2 | 0 | 2 | 0 | 0 | 0.08 | 簡単に剥離 |

注)DOE：ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メチルエーテル

【0047】実施例4，5

組成を表2記載のように変えたほかは、実施例2と同様に、脂環式エポキシ化合物を更に含む液状の紫外線硬化型接着剤組成物を調製して、各組成物の剪断強度を測定した。また、硬化速度と鉛筆硬度を実施例2の組成物も含めて別途測定した。その結果、脂環式エポキシ化合物

を更に含むことにより、剪断強度は著しく向上した（表2）。また、硬化速度と硬化物の硬度が向上していた（表2）。

【0048】

【表2】

| | オキセタン化合物 | カップリング剤 | 変性シリコンオイル | 脂環式エポキシ化合物 | 光重合開始剤 | 剪断強度 (kg/cm ²) | 硬化速度 | 鉛筆硬度 |
|------|----------|---------|-----------|------------|----------|-------------------------------|------|------|
| | DOE | KBM-403 | KF-105 | UVI-6110 | UVI-6990 | | | |
| 実施例2 | 2 | 0.1 | 0.02 | 0 | 0.08 | 62 | 4 | HB |
| 実施例4 | 1.8 | 0.1 | 0.02 | 0.2 | 0.08 | 106 | 1 | H |
| 実施例5 | 1 | 0.1 | 0.02 | 1 | 0.08 | 116 | 1 | H |

【0049】実施例6～8

組成を表3記載のように変えた（オキセタン化合物の種類を変えた）ほかは、実施例1と同様に、液状の紫外線硬化型接着剤組成物を調製して、各組成物の剪断強度を測定した。その結果、本発明の組成物はいずれも高い剪断強度を有していた（表3）。

【0050】実施例9～15

組成を表3記載のように変えた（オキセタン化合物の種

類を変えて脂環式エポキシ化合物を更に含有させた）ほかは、実施例1と同様に、脂環式エポキシ化合物を更に含む液状の紫外線硬化型接着剤組成物を調製して、各組成物の剪断強度を測定した。その結果、本発明の組成物はいずれも高い剪断強度を有していた（表3）。

【0051】

【表3】

| | オキセタン化合物 | | カップリング 剤 | 脂環式 エポキシ 化合物 | 光重合 開始剤 | 剪断強度 (kg/cm ²) |
|-------|----------|---|-------------|--------------------|------------|-------------------------------|
| | | | KBM-403 | UVI-6110 | UVI-6990 | UVI-6990 |
| 実施例6 | EDOE | 2 | 0.1 | 0 | 0.08 | 114 |
| 実施例7 | BPEDO | 2 | 0.1 | 0 | 0.08 | 133 |
| 実施例8 | XDO | 2 | 0.1 | 0 | 0.08 | >105 |
| 実施例9 | EDOE | 2 | 0.1 | 0.2 | 0.08 | 157 |
| 実施例10 | BDOE | 2 | 0.1 | 0.2 | 0.08 | 43 |
| 実施例11 | HDOE | 2 | 0.1 | 0.2 | 0.08 | 66 |
| 実施例12 | DDOE | 2 | 0.1 | 0.2 | 0.08 | 32 |
| 実施例13 | BTDOE | 2 | 0.1 | 0.2 | 0.08 | 91 |
| 実施例14 | BPEDO | 2 | 0.1 | 0.2 | 0.08 | >146 |
| 実施例15 | XDO | 2 | 0.1 | 0.2 | 0.08 | >140 |

注)EDOE : 1, 2-ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メキシエタン

BDOE : 1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メキシブタン

HDOE : 1, 6-ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メキシヘキサン

BTDOE : 1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メキシ-2-ブテン

XDO : 1, 4-ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メキシメチルベンゼン

BPEDO : 4, 4'-ビス(3-エチル-3-オキセタニル)メキシメチルビフェニル

DDOE : ジエチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニル)メチルエーテル

【0052】

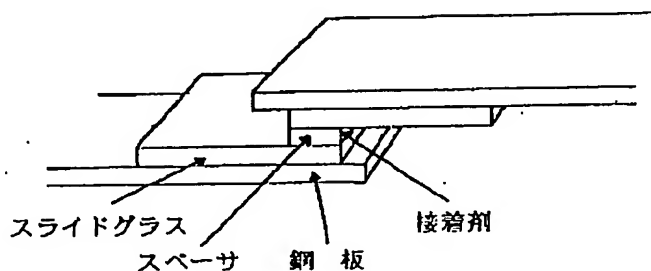
【発明の効果】本発明により、接着強度（剪断強度）や硬化速度が優れていて、硬度も高い硬化物を与える紫外線硬化型接着剤組成物を提供することができる。本発明の紫外線硬化型接着剤組成物は、無機質材料（特にガラ

ス）を被着材として用いる場合に特に有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、剪断強度を測定する際の試験片の模式図である。

【図1】



THIS PAGE BLANK (USPTO)